

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-176536

(43)Date of publication of application : 03.08.1987

(51)Int.Cl.

B01J 13/02

(21)Application number : 61-015531

(71)Applicant : FREUNT IND CO LTD

(22)Date of filing : 27.01.1986

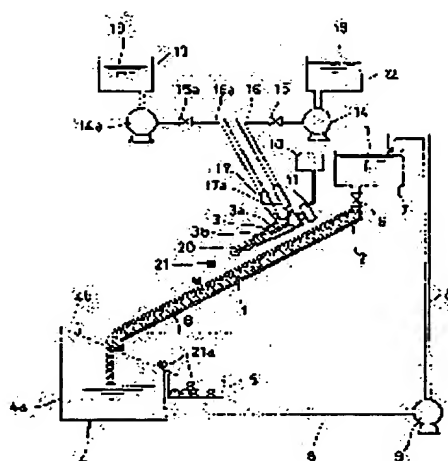
(72)Inventor : MOTOYAMA SHIMESU
TAKEI SHIGEMICHI

(54) METHOD AND APPARATUS FOR PREPARING CAPSULE

(57)Abstract:

PURPOSE: To prepare a capsule having a seamless coating layer, by injecting a multiphase liquid stream to the positive direction of a curing liquid stream from a multiple nozzle vibrated and falling the multiphase liquid droplet formed from the multiphase liquid stream in a curing liquid.

CONSTITUTION: An inner layer liquid 18 is injected in the first nozzle 3a of a double nozzle 3 from a tank 12 and an outer layer liquid 19 is injected in the second nozzle 3b of said double nozzle 3 from a tank 13 and valves 15, 15a adjusted to inject a two-phase liquid stream 20 from the leading end of the double nozzle 3. When the injection of the two-phase liquid stream 20 is performed while the double nozzle 3 is vibrated by a vibrator 11, a two-phase liquid droplet 21 can be formed in air. The two-phase liquid droplet 21 flies over a definite distance to be fallen on the surface of a curing liquid 1 flowing downwardly to flow down along with the liquid 1. The outer layer of the two-phase liquid droplet 21 is cured with the flowing-down of said liquid droplet 21 to be formed into a coating layer and a capsule 21a having a seamless coating layer is formed.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-176536

⑬ Int.Cl.⁴
B 01 J 13/02

識別記号 庁内整理番号
H-8317-4G

⑭ 公開 昭和62年(1987)8月3日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 カプセル製造方法および装置

⑯ 特 願 昭61-15531

⑰ 出 願 昭61(1986)1月27日

⑱ 発 明 者 本 山 示 東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号 フロイント産業株式会社内

⑲ 発 明 者 武 井 成 通 東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号 フロイント産業株式会社内

⑳ 出 願 人 フロイント産業株式会社 東京都新宿区高田馬場2丁目14番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 筒井 大和 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

カプセル製造方法および装置

2. 特許請求の範囲

- (1). 多重ノズルを振動させながら、該多重ノズルから、流動する硬化用液の流れに対し順方向に多相液流を気体中で噴出させ、該多相液流から形成される多相液滴を上記硬化用液中に落下させ、該多相液滴の最外層を硬化させるカプセル製造方法。
- (2). 硬化用液を所定の傾斜角で流下させ、該硬化用液の流れに対し多重ノズルからの多相液流を該流れの傾斜方向および傾斜角とほぼ同じ方向および傾斜角で噴出させることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のカプセル製造方法。
- (3). 硬化用液の流動手段と、該流動手段により流動させられる硬化液の流れに対して順方向に配向された多重ノズルと、該多重ノズルの各ノズル部に液滴形成液を供給する手段と、上記多重ノズルを振動させる振動源とからなるカプセル製造装置。
- (4). 流動部が所定の角度に傾斜された溝であり、

多重ノズルの軸線が該溝の傾斜角とほぼ同じ方向にほぼ同じ傾斜角で傾斜していることを特徴とする特許請求の範囲第3項記載のカプセル製造装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は被覆層に継目のないカプセル、特にその微小カプセルを製造する技術に関する。

(従来の技術)

被覆層に継目のない微小カプセルを製造する技術として多重管ノズルを用いて行うものがある。

たとえば、特公昭60-9854号公報には、多相液流を噴出する多重ノズルを振動させ大気中で多相液滴を形成する方法が開示されている。

また、特開昭59-112831号公報には、ノズルの振動に伴って大気中で生成する液滴をゲル化装置の硬化浴に落下させてカプセルを製造する装置が開示されている。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、上記のような従来の技術では、液滴が硬化浴に落下する際の衝撃が大きく、その

時点で液滴が扁平に変形し、甚だしい場合は破壊することがある。特に、熱可逆性のゲル化反応による硬化は、高温の液滴を冷却することにより、その最外層を硬化させるため、化学的にゲル化する方法と比べて硬化するまでに長時間を要し、それだけ液滴が変形または破壊することが多くなる。

本発明の目的は、多相液滴を破壊することなくその最外層を硬化させ、被覆層に縫目のないカプセルの製造を可能にする技術を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明のカプセル製造方法は、振動する多重ノズルから、流動する硬化用液の流れに対し順方向に多相液流を気体中で噴出させ、該多相液流から形成される多相液滴を上記硬化用液に落下させ、該多相液滴の最上層を硬化させることにより、被覆層に縫目のないカプセルを製造するものである。

また、本発明のカプセル製造装置は、硬化用液の流動手段と、該流動手段により流動させられる硬化液の流れに対して順方向に配向された多重ノ

ズルと、該多重ノズルの各ノズル部に液滴形成液を供給する手段と、上記多重ノズルを振動させる振動源とからなるものである。

(作用)

上記構成により、硬化用液の流れの方向と多相液滴との供給方向が順方向となることにより、両者の相対速度を減少させることができるため、該多相液滴が硬化剤溶液に落下する際にその表面との衝突により受ける衝撃を緩和することができ、それにより上記目的が達成されるものである。

なお、本明細書で多相液滴とは相互に溶解しない液体が、たとえば同心状に積層されてなるものである。二相液滴を例に具体的に説明すれば、中心層を親油性液体でその外層を親水性液体で形成するものや、またはその逆の組み合わせのものが例示される。

そして、上記多重ノズルとしては、たとえば中心に第1ノズルが位置し、その外側に第2ノズルが、さらにその外側には第3ノズルが該第1ノズルと同軸状に順次配置される如く複数のノズルが

多重に配置されてなるものなどがある。前記二相液滴を例に説明すれば、第1ノズルには中心層を形成するための液体を、第2ノズルには外層を形成するための液体をそれぞれ供給し、その多重ノズルに振動を与えながら、該ノズルの先端から同軸状の二相液流を噴出させることにより、均一な二相液滴を連続的に形成することができるものである。

被覆層に縫目のないカプセルの例としては、硬化して該被覆層を形成する多相液滴の最外層を、次の液体で構成することができる。

熱可逆的なゲル化を利用する場合には、熱時は液体であり、冷却すると硬化する、たとえばゼラチン水溶液等がある。また、化学的なゲル化を利用する場合には、カルシウム等の金属イオンと反応し硬化する、たとえばアルギン酸ソーダ水溶液等がある。

そして、硬化用液としては、上記ゼラチン水溶液等の場合は単なる油であってもよく、またアルギン酸ソーダ水溶液等の場合はカルシウム等の金

属塩水溶液を適用できる。すなわち、目的により単一成分の液体であっても、また溶液であってもよい。

また、カプセルを製造する際には、上記硬化用液を流動させて行うのであるが、この流動はたとえば該硬化用液を傾斜面に流下させて形成することができる。しかし、これに限るものでなく、ノズルから噴出された多相液流から形成された多相液滴が、上記硬化用液に落下する際の衝撃を緩和する流動形態であれば何れであってもよい。たとえば、機械的な手段で硬化用液の流動を行わせてもよく、流動方向も平面方向から垂直方向まで、さらには直線状の流動の他循環流動などを含めて、如何なる流動であってもよい。

さらに、多相液流の噴出方向である「流れに対し順方向」とは、速度成分として流れに逆行する成分を含まないことを意味するものであり、順方向であればその噴出角度、すなわち多重ノズルの上下左右方向の角度は特に問わないものである。ただし、十分な技術的効果を引き出すためには、

多相液滴の噴出方向は硬化用液の流れに対する平面方向の角度についても、また該流れの表面に対する角度についても、ともに 20° 以下であることが好ましい。

次に、本発明のカプセル製造技術を実施例に基づいてさらに詳述する。

(実施例)

図は本発明による一実施例を示すカプセル製造装置の概略構成図である。

本実施例の装置は、硬化用液1を流下させるためのU字溝2を有しており、該U字溝2の上方に近接して二重ノズル(多重ノズル)3が、その先端を硬化用液1の流れ方向に対し順方向に向けて設置されている。そして、U字溝2は所定の角度 θ に傾斜しており、また二重ノズル3もその軸がこの角度 θ と同じかあるいはほぼ同じ角度に傾斜されている。

上記U字溝2は横断面がU字形状であり、その先端の下方には分離器4が、またその分離器4の側方には捕集容器5がそれぞれ設置されている。

して二重ノズル3の外心ノズル3bに連通している。

次に、本実施例の作用について説明する。

まず、前記U字溝2にバルブ6を調整し硬化用液タンク7に貯留されている硬化用液1を供給し、該硬化用液1の流れを形成する。この硬化用液1の流れは、前記分離器4に連結された管8および8aとその間に介設されたポンプ9とにより、前記U字溝2を流下し分離器に貯留された硬化液1を上記硬化用液タンク7に循環させることにより、連続させることができる。

次に、二重ノズル3の第1ノズル3aにはタンク12から内層液18を注入し、第2ノズル3bにはタンク13から外層液19を注入し、それぞれバルブ15および15aを調整して該二重ノズル3の先端から二相液滴20を噴出させる。この二相液滴20の噴出を、上記二重ノズル3に振動子11で加振しながら行うことにより、図示するような二相液滴21を気体中で形成することができる。

上記分離器4は、流下した硬化用液1を貯留する容器部4aと該容器部4aの上部に所定の傾斜で取付けられているフィルタ4bとからなる。

また、前記U字溝2の上端にはバルブ6を介して硬化用液タンク7が接続されている。そして、この硬化用液タンク7には、前記分離器4から管8、ポンプ9および管8aを介して貯留されている硬化用液1を循環させる構造になっている。

一方、前記二重ノズル3の後端部には振動発生機10に接続された振動子11が取付けられている。

上記二重ノズル3の上方には内層液用タンク12および外層液用タンク13が設置されている。内層液用タンク12には、その途中にポンプ14およびバルブ15の介在する管16が連結されており、その先端は可撓管17を介して前記二重ノズル3の内心ノズル3aに連通している。また、外層液用タンク13には、同じくその途中にポンプ14aおよびバルブ15aの介在する管16aが連結されており、その先端は可撓管17aを介

上記二相液滴21は、一定距離飛行した後下方に流動する硬化用液1の表面に落下し、該液1とともに流下される。流下されるに従い二相液滴21の外層(最外層)が硬化して被覆層が形成され、該被覆層に縊目のないカプセル21aが形成される。このカプセル21aは、U字溝2の下方でフィルタ4bにより分離され、捕集容器5に集められ、必要に応じて他の工程を経て製品として完成される。

本実施例においては、流動する硬化用液1の表面に沿って、その流れ方向に前記二重ノズル3から二相液流が噴出される。したがって、上記二相液流から形成される二相液滴21も噴出による同方向への運動エネルギーを与えられている。そのため、もしも上記二相液滴21が静止している硬化用液の表面に落下する場合には、該表面に到達する時点における水平方向(図中左右方向)の速度と重力方向(図中上下方向)の速度のベクトル和に起因する衝撃力を直接受けることになる。この場合には、その衝撃力が大きいために、二相液

滴21が変形または破壊してしまうおそれがある。

ところが、本実施例では硬化用液1がU字溝2を流下しているので、該硬化用液1は水平方向にも、重力方向にも二相液滴21と同方向の速度成分を有している。そのため、上記硬化用液1の流れと二相液滴21の飛行とは、その相対速度が減少されることになる。その結果、上記二相液滴21が硬化用液1の表面から受ける衝撃力を減少させることができるものである。

また、本実施例では二重ノズル3がその軸をU字溝2の傾斜角に近似する角度に傾斜されている、すなわち二相液滴20を硬化用液1の流れの表面にほぼ沿うように噴出させるものである。このようにすることにより、二相液滴21の落下時における重力方向の速度成分を小さくすることができ、それ故に二相液滴21の破壊を有効に防止できる。なぜならば、たとえば二重ノズル3の軸線方向を垂直下方に向けて二相液滴20を静止状態の硬化用液1に向けて直角方向に噴出する場合には、二相液滴21が硬化用液1の表面に衝突する際に、噴

出時に与えられた加速度に起因する極めて大きな衝撃力を受けるからである。

一般に、カプセルを量産するためには、二相液滴20の流速を大きくする必要がある。この場合には、二相液滴21が硬化用液1の表面から受ける衝撃力は一段と大きなものになる。

本実施例の装置は、このような場合に適用しても衝撃力を大巾に緩和でき、極めて好適なものである。

すなわち、二相液滴20の噴出速度を調整する場合には、U字溝2の傾斜角 θ を加減することにより容易にその調整を行うことができるものである。具体的には、二相液滴20の噴出速度を大きくする場合には、上記U字溝2の傾斜角 θ を大きくすることにより、硬化用液1の流れを遅くすることができ、逆に噴出速度を小さくするときは上記傾斜角 θ を小さくするだけで硬化用液1の流れを遅くすることができるので、いずれの場合にも硬化用液1と二相液滴20との相対速度差を小さくし、常に衝撃力を小さくして、液滴の破壊を防

止できるものである。

次に、本実施例の装置を用いたカプセル形成の具体例を示す。

(実験例)

U字溝2の水平方向からの傾斜角 θ を30度に、二重ノズル2の軸のそれを25度にする。

第1ノズル3aには50℃の食用油を、第2ノズルには50℃の2.0%ゼラチン水溶液をそれぞれ100ml/minの流速で供給する。このように供給しながら二重ノズルに250Hzの振動を与えることにより、該二重ノズルより噴出された二相液滴20から直径約2.9mmの均一な二相液滴が250個/秒の速度で形成できた。そして、捕集容器5には上記二相液滴21に匹敵する個数の、内層が食用油で外層がゼラチンゲルからなるカプセル21aが製造され、二相液滴21は全く破壊されなかった。

一方、通常は多重ノズルを垂直下方に向けて行うことが多いので、同装置においても二重ノズルを鉛直方向に向け、静止状態の硬化用液に対して

垂直下方すなわち直角方向に二相液滴20を前記と同じ流速で噴出させたところ二相液滴21は全て破壊され、満足できるカプセル21aは製造できなかった。

以上、本発明者によりなされた発明を実施例に基づいて説明してきたが、前記実施例に限定されるものでないことはいうまでもない。

たとえば、多相液滴として二相のもののみを示したが、三相以上であってもよい。

また、二相液滴の最外層が、熱可逆的にゲル化するゼラチン水溶液からなるものについて説明したが、これ以外の熱可逆的ゲル化物質を利用してよい。またアルギン酸水溶液等の化学的ゲル化物質を利用してよいことはいうまでもなく、この場合は硬化用液としてカルシウム等の金属塩の水溶液を用いることができる。

さらに、硬化用液を流動させる手段として傾斜された溝のみを示したが、これに限るものでなく一定方向に流動させることができる手段であれば如何なるものであってもよく、たとえば液体に垂

直方向への流下運動または平面方向への直進流れ運動あるいは平面方向への循環流や渦流運動を与えることができるスクリーなどの機械的流動流形成手段を備えたものであってもよい。

また、前記実施例では、タンク7に貯留される硬化用液1を常に所望の温度に維持するため、該液1を循環させる管8または8aの途中に冷却手段を設けることもできる。

(発明の効果)

振動する多重ノズルから、流動する硬化用液の流れに対し順方向に多相液流を気体中で噴出させ、該多相液流から形成される多相液滴を上記硬化用液に落下させ、該多相液滴の最上層を硬化させカプセルを形成することにより、硬化用液と多相液滴との相対速度を減少させることができるため、該多相液滴が硬化用液に落下する際にその表面から受ける衝撃を緩和することができる。これによって、前記多相液滴を破壊することなく被覆層に粒目のないカプセルを製造することができる。

4. 図面の簡単な説明

図は本発明による一実施例を示すカプセル製造装置の概略構成図である。

- | | |
|----------------|-------------|
| 1・・・硬化用液、 | 2・・・U字溝、 |
| 3・・・二重ノズル、 | 3a・・・内心ノズル、 |
| 3b・・・外心ノズル、 | 4・・・分離器、 |
| 4a・・・容器部、 | 4b・・・フィルタ、 |
| 5・・・捕集容器、 | 6・・・バルブ、 |
| 7・・・硬化用液タンク、 | |
| 8, 8a・・・管、 | 9・・・ポンプ、 |
| 10・・・振動発生機、 | 11・・・振動子、 |
| 12・・・内層液用タンク、 | |
| 13・・・外層液用タンク、 | |
| 14, 14a・・・ポンプ、 | |
| 15, 15a・・・バルブ、 | |
| 16, 16a・・・管、 | |
| 17, 17a・・・可撓管、 | |
| 18・・・内層液、 | 19・・・外層液、 |
| 20・・・二相液流、 | 21・・・二相液滴、 |
| 21a・・・カプセル、 | |

